



positive integer; n is  $\geq 1$  integer) and (B) 95-5 pts.wt. mixed monomer of 70-100wt.% shown by formula II ( $R_{SP>5}$  if H or  $CH_{SB>3}$ ;  $R_{SP>6}$  is 1-18C alkyl, etc.), 0-10wt.% polyfunctional monomer such as ethylenic unsaturated amide and 0-20wt.% other unsaturated monomer in the component B in the presence of a radical polymerization initiator is used as a film-forming component to give the above-mentioned composition for hair having excellent pliancy, smoothness, set retention power, for skin and make-up, having specific water resistance, sweating resistance, oil resistance and make-up durability.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

DERWENT-ACC-NO: 1992-075184

DERWENT-WEEK: 199842

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Cosmetic material compsn. with good waterproof  
properties - has material contg. oil-in-water  
emulsion of organo:polysiloxane and mixed monomer,  
polymerised in radical polymerisation starter

PATENT-ASSIGNEE: NISSHIN CHEM IND CO LTD[NISV]

PRIORITY-DATA: 1990JP-0120720 (May 10, 1990)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
PAGES MAIN-IPC		
<u>JP 04018009 A</u>	January 22, 1992	N/A
008 N/A		
JP 2799219 B2	September 17, 1998	N/A
007 A61K 007/00		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
JP 04018009A	N/A	1990JP-0120720
May 10, 1990		
JP 2799219B2	N/A	1990JP-0120720
May 10, 1990		
JP 2799219B2	Previous Publ.	JP 4018009
N/A		

INT-CL (IPC): A61K007/00, A61K007/02 , A61K007/032 , A61K007/043  
A61K007/075 , A61K007/11

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04018009A

BASIC-ABSTRACT:

Mixt. contg. 5-95 pts.wt. of oil in water type emulsion of  
organopolysiloxane  
of formula (1) and 95-5 pts.wt. of mixed monomer comprising of (a)  
70-100 wt.%  
of one or more monomer selected from acryl or methylacryl type

monomer of  
formula (2), (b) 0-10 wt.% of one or more of multifunctional monomer  
selected  
from ethylene type unsatd. amide, alkylol or alkoxyalkyl  
substitution cpd. of  
ethylene type unsatd. amide, ethylene type unsatd. monomer contg.  
oxirane,  
ethylene type unsatd. monomer contg. OH, ethylene type unsatd.  
monomer contg.  
carboxyl gp., complete ester of polyhydric alcohol and acrylic acid  
or  
methacrylic acid, diallylester of dibasic acid, allylacrylate,  
allylmethacrylate and divinylbenzene and (c) 0-20 wt.% of ethylene  
type unsatd.  
monomer other than (a) and (b), is polymerised under presence of  
radical  
polymerisation starter. The obtd. graft copolymer is contained as  
the film  
forming component. (In (I) R1, 2, 3 = one or more gp. selected from  
1-20C  
univalent hydrocarbon, univalent halogen hydrocarbon. Y = one or  
more gp.  
selected from radical reaction gp. and organic gp. contg. SH gp.. X  
= H,  
univalent lower alkyl and gp. shown as R1R2R4Si (R1, R2 = same as  
above, R4 =  
R1 or same as Y), m = positive integer of 10,000 or less, n = integer  
1 or  
more).

USE - The material gives excellent smoothness to hair. It also keeps  
hair  
styling effectively. It is superior in waterproof, sweat proof and  
oil proof  
properties.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: COSMETIC MATERIAL COMPOSITION WATERPROOF PROPERTIES  
MATERIAL

CONTAIN OIL WATER EMULSION ORGANO POLYSILOXANE MIX  
MONOMER  
POLYMERISE RADICAL POLYMERISE START

DERWENT-CLASS: A96 D21

CPI-CODES: A04-F06E5; A06-A00E3; A12-V04A; D08-B09A;

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

## ⑫ 公開特許公報(A) 平4-18009

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>A 61 K 7/00  
7/02  
7/032

識別記号

J  
J

庁内整理番号

9051-4C  
9051-4C  
9051-4C※

⑬ 公開 平成4年(1992)1月22日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全8頁)

⑭ 発明の名称 化粧品組成物

⑯ 特 願 平2-120720

⑰ 出 願 平2(1990)5月10日

⑱ 発 明 者 飯 田 秀 一 福井県武生市北府2丁目17番33号 日信化学工業株式会社  
内

⑲ 発 明 者 中 浦 正 重 福井県武生市北府2丁目17番33号 日信化学工業株式会社  
内

⑳ 発 明 者 嵯 峨 博 福井県武生市北府2丁目17番33号 日信化学工業株式会社  
内

㉑ 発 明 者 末 本 喜 代 二 福井県武生市北府2丁目17番33号 日信化学工業株式会社  
内

㉒ 出 願 人 日信化学工業株式会社 福井県武生市北府2丁目17番33号

㉓ 代 理 人 弁理士 山本 充一 外1名  
最終頁に続く

明 細 書

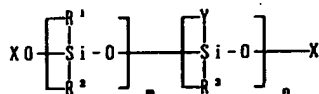
5～95重量部

## 1. 発明の名称

化粧品組成物

## 2. 特許請求の範囲

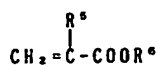
## 1. (A)一般式(I)



[式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ はそれぞれ炭素数1～20の1価の炭化水素基及び1価のハロゲン化炭化水素基から選択される1種又は2種以上の基であり、 $\text{Y}$ はラジカル反応性基及びSH基を含む有機基から選択される1種又は2種以上の基であり、 $\text{X}$ は水素原子、1価の低級アルキル基及び式 $\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{Si}$ で示される基( $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ は前記と同じであり、 $\text{R}^3$ は $\text{R}^1$ 又は $\text{Y}$ と同一の基である)から選択される同種又は異種の基であり、 $m$ は10,000以下の正の整数、 $n$ は1以上の整数である]で表わされるオルガノポリシロキサン

の水中油型エマルジョンと

(B) 1) 一般式(II)



(式中、 $\text{R}^4$ は水素原子又はメチル基、 $\text{R}^5$ は炭素数1～18のアルキル基又はアルコキシ置換アルキル基である)で表わされるアクリル及びメタクリル系単量体から選択される1種又は2種以上の単量体 70～100重量%

ロ) エチレン性不飽和アミド、エチレン性不飽和アミドのアルキロール又はアルコシアルキル置換化合物、オキシラン基含有エチレン性不飽和単量体、ヒドロキシル基含有エチレン性不飽和単量体、カルボキシル基含有エチレン性不飽和単量体、多価アルコールとアクリル酸又はメタクリル酸との完全エステル、二塩基酸のジアルリルエステル、アリルアクリレート、アリルメタクリレート及びジビニルベンゼンの群から選択される1種又は2種以上の多官能性単量体

0~10重量%

h) 上記i)及びj)以外の1種又は2種以上のエチレン性不飽和単量体

0~20重量%

からなる混合単量体 [i)~h)の合計100重量%]

95~5重量部

とからなる混合物をラジカル重合開始剤の存在下で重合してなるグラフト共重合体を皮膜形成成分として含有することを特徴とする化粧料組成物。

### 3. 発明の詳細な説明

#### [産業上の利用分野]

本発明は、オルガノポリシロキサンとアクリル系及び／又はメタクリル系単量体からなるグラフト共重合体を基材とする新規な化粧料組成物とくに毛髪用、皮膚用及びメーキャップ用化粧料組成物に関するものである。

この共重合体はその皮膜形成性及び皮膜物性により化粧料に特に求められている諸性質を付与することができる。

毛髪用組成物においては、しなやかで、なめらかな感触を付与しながら、かつ良好なセット保持

た。

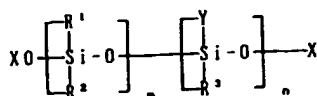
#### [発明が解決しようとする課題]

本発明者らは、このような事情にかんがみ、優れたセット保持力を有しながら、かつしなやかでなめらかな感触の点でも満足できる毛髪化粧料、耐水性・耐油性良好で化粧もちの良い皮膚及びメーキャップ化粧料を得るべく鋭意研究の結果、特定のオルガノポリシロキサンのエマルジョンとアクリル系及び／又はメタクリル系を主体とする混合単量体との混合物をラジカル重合開始剤の存在下で重合して得られたグラフト共重合体を用いたならば、上記目的を達成できることを見出し、この知見にもとづいて本発明を完成するに至った。

#### [課題を解決するための手段]

すなわち、本発明は

#### (A) 一般式 (I)



力を有する。

又皮膚及びメーキャップ用組成物においては、耐水性・耐汗性及び耐油性良好で、化粧もちに優れたものにする。

#### [従来の技術]

毛髪用化粧料には、毛髪固定用の高分子化合物が配合されている。たとえばポリビニルピロリドン系高分子化合物、ポリビニルエーテル系高分子化合物、ポリ酢酸ビニル系高分子化合物、アクリル系高分子化合物などである。

一方、毛髪に光沢やなめらかさを与える目的で油剤などが配合されているが、高いセット保持力を有しながら、しなやかでなめらかな感触を与えられる毛髪用化粧料はこれまで得られていなかった。

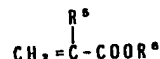
さらに皮膚及びメーキャップ用化粧料に於いては汗、涙、雨、雪等の水分により又皮脂や汗あるいはほかの化粧料の油剤などによって、化粧くずれを生じる。特に夏季の高温多湿条件下の化粧くずれは、女性共通の悩みとして改良が望まれている。

[式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ はそれぞれ炭素数1~20の1価の炭化水素基及び1価のハロゲン化炭化水素基から選択される1種又は2種以上の基であり、Yはラジカル反応性基及びSH基を含む有機基から選択される1種又は2種以上の基であり、Xは水素原子、1価の低級アルキル基及び式 $\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{Si}$ で示される基 ( $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ は前記と同じであり、 $\text{R}^3$ は $\text{R}^1$ 又はYと同一の基である) から選択される同種又は異種の基であり、mは10,000以下の正の整数、nは1以上の整数である]で表わされるオルガノポリシロキサン

5~95重量部

の水中油型エマルジョンと

#### (B) i) 一般式 (II)



(式中、 $\text{R}^4$ は水素原子又はメチル基、 $\text{R}^5$ は炭素数1~18のアルキル基又はアルコキシ置換アルキル基である)で表わされるアクリル及びメタクリル系単量体から選択される1種又は2種以

上の単量体 70~100 重量%

ロ) エチレン性不飽和アミド、エチレン性不飽和アミドのアルキロール又はアルコキシアルキル置換化合物、オキシラン基含有エチレン性不飽和単量体、ヒドロキシル基含有エチレン性不飽和単量体、カルボキシル基含有エチレン性不飽和単量体、多価アルコールとアクリル酸又はメタクリル酸との完全エステル、二塩基酸のジアリルエステル、アリルアクリレート、アリルメタクリレート及びジビニルベンゼンの群から選択される1種又は2種以上の多官能性単量体

0~10重量%

ハ) 上記イ)及びロ)以外の1種又は2種以上のエチレン性不飽和単量体 0~20重量%

からなる混合単量体 [イ)~ハ)の合計100重量%]

95~5重量部

とからなる混合物をラジカル重合開始剤の存在下で重合してなるグラフト共重合体を皮膚形成成分として含有することを特徴とする化粧料組成物である。

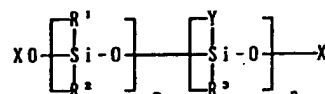
ロピル基、γ-メルカプトプロピル基で例示されるラジカル反応性基及びSH基含有有機基から選ばれるものである。

また、mは10,000以下の正の整数であり、nは1以上の整数であるが、さらに好ましくは  $200 < m < 8,000$ 、 $1 < n < 500$  の範囲にあるのがよい。

一般式(1)で示されるオルガノポリシロキサンのエマルジョンの製造については公知の方法に従えばよく、その一つの方法は原料として例えばオクタメチルシクロテトラシロキサンの如き環状低分子シロキサンとラジカル反応性基又はSH基を含有するジアルコキシシラン及び/又はその加水分解物とを用い、強アルカリ性触媒あるいは強酸性触媒の存在下に重合して高分子量のオルガノポリシロキサンを得、しかる後に適当な乳化剤の存在下に水中に乳化分散することによるものである。

又、他の一つの方法は原料として例えば上記した低分子オルガノシロキサンとラジカル反応性基

本発明の化粧料組成物に用いるオルガノポリシロキサンは、ベタツキのない、しなやかでなめらかな皮膚に快い感触を付与し、耐水性等の塗膜物を向上させる。これは一般式(1)

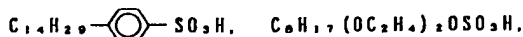


で示され、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等のアルキル基、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基等のアリール基で例示される炭素数1~20の1価炭化水素基及びこれらの基の炭素原子に結合した水素原子の1部又は全部をハロゲン原子で置換した基から選ばれるものであり、Xは水素原子、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基等の炭素数1~5の低級アルキル基及び $\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3\text{Si}$ で示されるトリオルガノシリル基( $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ は前記と同じ、 $\text{R}^3$ は $\text{R}^1$ 又はYと同じ)から選ばれるものであり、Yはビニル基、アリル基、γ-アクリロキシプロピル基、γ-メタクリロキシプロ

又はSH基を含有するジアルコキシシラン及び/又はその加水分解物とを用い、スルホン酸系界面活性剤及び/又は硫酸エステル系界面活性剤の存在下に水中で乳化重合させることによるものである。

又、この乳化重合の場合、同様な原料を用い、アルキルトリメチルアンモニウムクロライドあるいはアルキルベンジルアンモニウムクロライドの如きカチオン系界面活性剤により水中に乳化分散させた後、適量の水酸化カリウム、水酸化ナトリウム等の強アルカリ性物質を添加して重合させることもできる。

上記したスルホン酸系界面活性剤及び硫酸エステル系界面活性剤は乳化剤と重合触媒を兼ねるのであり、これには



ポリオキシエチレンドデシルフェニル硫酸ソーダ等が例示される。

これらのうち、硫酸エステル塩類は乳化終了後に陽イオン交換樹脂と接触させることにより相当する酸になり、重合触媒として機能するようになる。乳化重合終了後は酸型となっている界面活性剤を中和して触媒活性を消失させればよい。

また、カチオン系乳化剤としては上記の如き第4級アンモニウム塩系を主として用い、乳化重合後は塩基型となっている界面活性剤を中和して触媒活性を消失させればよい。

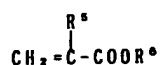
さらには、乳化重合後に行なう熟成の際の温度によってオルガノポリシロキサン分子量の大きさを調整することができる。従って所期の物性に応じて熟成温度を設定すればよい。

次に、(B)成分について説明すると、これは上記の(A)成分のオルガノポリシロキサンにグラフト共重合させるための重合性単量体の混合物であり、下記の1)~h)の3成分からなるものである。

#### 1)成分は一般式(II)

この1)成分の配合量が(B)成分中70重量%未満ではアクリルの特性、特に皮膚形成性、皮膚強度、耐汗性、耐油性及び皮膚との密着性等の性能の付与が不充分である。

ロ)成分は多官能性単量体であり、エチレン性不飽和アミド、エチレン性不飽和アミドのアルキロール又はアルコキシアルキル化合物として(メタ)アクリルアミド、ダイアセトン(メタ)アクリルアミド、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、N-ブトキシメチル(メタ)アクリルアミド、N-メトキシメチル(メタ)アクリルアミド等、オキシラン基含有不飽和単量体としてグリシジル(メタ)アクリレート、グリシジルアリルエーテル等、ヒドロキシ基含有不飽和単量体として2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート等、カルボキシ基含有エチレン性不飽和単量体として(メタ)アクリル酸、無水マレイン酸、クロトン酸、イタコン酸等、多価アルコールと(メタ)アクリル酸との完全エステルとしてエチ



(式中、R<sup>5</sup>は水素又はメチル基、R<sup>6</sup>は炭素数1~18のアルキル基もしくはアルコキシ置換アルキル基)で表わされる(メタ)アクリル単量体(ここで(メタ)アクリルなる表現はアクリル及びメタクリルの両者をまとめて表わすもので以下同様である。)であり、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、プロピル(メタ)アクリレート、ブチル(メタ)アクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、ペンチル(メタ)アクリレート、ヘキシル(メタ)アクリレート、オクチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、ステアリル(メタ)アクリレート等のアルキル(メタ)アクリレート及びメトキシエチル(メタ)アクリレート、ブトキシエチル(メタ)アクリレート等のアルコキシアルキル(メタ)アクリレートが例示され、これらの1種又は2種以上を組合せて使用される。

レングリコールジ(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート等、及びアリル(メタ)アクリレート、ジビニルベンゼンが例示される。

これらの多官能性単量体は皮膚への密着性、良好なセット保持力、化粧もち等を付与する目的に使用されるものであり、使用量を増すと皮膚への密着性、セット保持力等は向上するが、反対に化粧塗膜の風合いは損なわれる。従って多官能性単量体の使用量は(B)成分中0~10重量%であり、10重量%を超えると風合いが目立って損なわれるようになる。

h)成分はその他のエチレン性不飽和単量体であり、上記1)、ロ)成分だけでは発現できない風合い、耐久性等を付与するために(B)成分中0~20重量%の範囲で使用されるが、20重量%を超えるとアクリルの特性が損なわれるようになる。

このような単量体としてはスチレン、α-メチルスチレン、アクリロニトリル、塩化ビニル、塩



化ビニリデン、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、パーサチック酸ビニルなどが例示される。

化粧料組成物により形成される皮膚に柔軟性を付与させるにはこの(B)成分のポリマー化物を柔らかくすればよく、これにはこのポリマー化物のガラス転移点を考慮することが望ましい。

(A)成分と(B)成分の比率については、(A)成分が5重量部未満ではアクリル系ポリマーの欠点である粘着感が生じ、柔軟性が乏しくなり、又、95重量部を超えると皮膚の強靱さ、化粧もち等が損われて実用的でない。

(A)成分と(B)成分の乳化共重合は通常のラジカル開始剤を用いて、公知の乳化重合法により行なえばよい。

ここで使用されるラジカル重合開始剤としては、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩、過酸化水素水、ヒューチルヒドロパーオキシド、アゾビスアミジノプロパンのHCl塩等の水溶性タイプ、ベンゾイルパーオキシド、キユメンヒドロパーオキシド、ジブチルパーオ

ある。

又、必要に応じ、これらの乳化共重合品に無機塩水溶液、水溶性有機溶剤などを加えて粒子を凝集させたのち、濾過、水洗し、乾燥すれば共重合樹脂が得られる。

本発明に於る化粧料組成物としては、化粧水・美容液・整髪料等の液状化粧料、乳液・クリーム・ヘアクリーム・リキッドファンデーション等の乳化化粧料、口紅・ファンデーション・アイライナー・マスカラ・固型おしろい・ほほ紅等の練状又は固形化粧料、リンス等の洗浄剤が挙げられ、上記に規定した共重合体は主要有効成分としてあるいは添加物として用いられる。

本発明による化粧料組成物中の共重合体の濃度は0.5～30重量%の範囲が適当である。即ち0.5%以下では本発明の効果が得られず、30%以上では化粧料組成物としての構成が不可能になる。

毛髪用化粧料組成物中においては、共重合体が良い調髪の取得を容易にし乾燥した髪にしなや

キサイド、ジイソプロピルパーオキシジカーボネート、クミルパーオキシネオデカノエート、アソビスイソブチロニトリル等の油溶性タイプがあげられる。必要に応じ、酸性亜硫酸ナトリウム、ロンガリット、L-アスコルビン酸、糖類、アミン類などの還元剤を併用したレドックス系も使用することができる。

乳化剤としては(A)成分の乳化物中に乳化剤が含まれているので必ずしも新たに使用しなくてもよいが、重合中の凝塊発生防止やエマルジョンの安定性向上のため、必要量の乳化剤を添加しても良い。ここで使用される乳化剤としては、例えばアルキル又はアルキルアリル硫酸塩もしくはスルホン酸塩、アルキルアリルコハク酸塩などのアニオン性乳化剤、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド、アルキルベンジルアンモニウムクロライド等のカチオン性乳化剤、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンカルボン酸エステル等のノニオン性乳化剤等が好適で

かでなめらかな感触を付与する。

さらに皮膚及びメーキャップ化粧料におけるこれらの組成物は皮膚に快い肌ざわりを付与し耐水性・耐油性が良く化粧もちに優れた効果を発揮する。

本発明の化粧料組成物には、オルガノポリシロキサンとアクリル系及び／又はメタクリル系単量体等からなる共重合体の他に、従来から使用されている各種揮発性又は不揮発性油剤、界面活性剤、湿潤剤、防腐剤、酸化防止剤、香料、粉体等の任意成分を適宜配合することができる。

揮発性又は不揮発性油剤としては、直鎖あるいは分岐鎖の炭化水素、直鎖あるいは環状のシメチルポリシロキサン、高級アルコール、高級脂肪酸、アルコールと脂肪酸の合成エステル油、ショ糖エステル、ワックス類、ロウ類等が挙げられる。界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂

肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ひまし油、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル等が挙げられる。潤滑剤としてはソルビトール、グリセリン、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、マルチトール、乳酸、乳酸ナトリウム、ポリエチレングリコール等が挙げられる。防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等が挙げられる。酸化防止剤としては、トコフェロール、レシチン等が挙げられる。粉体としては、酸化チタン、酸化亜鉛、群青、酸化クロム、酸化鉄、タルク、セリサイト、マイカ、カオリン、雲母、有機顔料等が挙げられる。

#### 【実施例】

次に、本発明で用いる共重合体を製造するための参考例及び本発明の実施例を挙げて更に具体的に説明する。なお、例中の部はすべて重量部を、%はすべて重量%を表わす。

ポリシロキサンエマルジョンNo.	E-5	E-4	E-3	E-2	熱 成 条 件
	部	部	部	部	
オクタメチルシクロテトラシロキサン	1500	1500	1500	1500	15℃×3日 25℃×24時間 10℃×3日 40℃×10時間
環状メタクリロキシプロピルメチルポリシロキサン				11.3	
環状メタクリロキシプロピルメチルポリシロキサン			35.2		
環状ビニルメチルポリシロキサン					
環状カルバプロトプロピルメチルポリシロキサン					
シロキサン					0.8部

#### 参考例

(オルガノポリシロキサンエマルジョンの調整)  
 オクタメチルシクロテトラシロキサン1500部、環状メタクリロキシプロピルメチルポリシロキサン3.8部及び純水1500部を混合し、これにラウリル硫酸ナトリウム15部、ドデシルベンゼンスルホン酸10部を添加してからホモミキサーで攪拌して乳化したのち、圧力3,000psiのホモナイザーに2回通して安定なエマルジョンを作った。ついでこれを70℃で12時間加熱後、25℃まで冷却して24時間熟成した後、炭酸ナトリウムを用いてこのエマルジョンのpHを7に調整し、4時間窒素ガスを吹き込んでから水蒸気蒸留して揮発性のシロキサンを留去し、つぎに純水を加えて不揮発分を45%に調整したところ、メタクリル基を0.1モル%含有するポリシロキサンのエマルジョンが得られた(以下これをE-1と略記する)。又、第1表に示すようにシロキサンの種類、量及び熟成条件を変えた他はE-1と同様の方法でポリシロキサンエマルジョンE-2～E-5を得た。

#### (乳化共重合による共重合体の製造)

攪拌機、コンデンサー、温度計および窒素ガス導入口を備えた反応器に上記で得たエマルジョンE-1 333部(シロキサン分150部)と純水517部を仕込み、窒素ガス気流下に器内温を30℃に調整した後、 $\alpha$ -ブチルヒドロパーオキサイド1.0部、L-アスコルビン酸0.5部、硫酸第1鉄7水和物0.002部を加え、次いで器内温を30℃に保ちながらアクリル酸エチル129.5部、アクリル酸ブチル133.0部、メタクリル酸メチル77.0部及びメタクリル酸10.5部を3時間かけて滴下し、滴下終了後さらに1時間攪拌を続けて反応を完結させた。

得られたグラフト共重合エマルジョン(以下これをP-1と略記)は固形分濃度39.7%、アクリル系単量体等のポリマー化物のガラス転移点計算値は-12.7℃であった。同様にして第2表に示されるポリシロキサンエマルジョン及びアクリル系単量体等の種類、量で共重合し、固形分濃度39～40%の共重合エマルジョンP-2～P-6を得た。

第2表

(単位:部)

グラフトシロキサン No.		P-2	P-3	P-4	P-5	P-6
ポリ シエ ロマ キル サジ ン ヨ ン	E-1				333 (150)	
	E-2	556 (250)				
	E-3		333 (150)			
	E-4			333 (150)		
	E-5					556 (250)
ア ク リ ル 系 単 量 体	アクリル酸 エチル	122.5		325.5		122.5
	アクリル酸 ブチル	120.0	332.5			122.5
	アクリル酸2 -エチルヘキ シル				210.0	
	メタクリル酸 メチル				133.0	
	メタクリル酸	7.5		7.0	7.0	5.0
	2-ヒドロキ シエチルメタ クリレート		17.5			
	アクリロニ トリル			17.5		
	小 計	250	350	350	350	250
ポリマー(化物)のガラ ス転移点計算値℃		-34.3	-48.3	-15.3	-23.3	-35.6

( ) 内の数字はポリシロキサン分を表わす

のあるシャンプーであった。

## 実施例3 (ファンデーション)

1. 共重合エマルジョン (P-3)	30.0%
2. 流動パラフィン	12.0
3. パラフィンワックス	2.0
4. バルミチン酸	3.0
5. プロピレングリコール	8.0
6. ポリオキシエチレンソルビタン モノステアレート	2.0
7. ジエタノールアミン	1.0
8. タルク	15.0
9. 酸化鉄	3.0
10. 香料	0.5
11. 精製水	残余

得られたファンデーションは非常に均一に良く伸び、皮膚との密着性、耐水性、耐油性の高い、ベタツキのないものであった。

## 実施例4 (マスカラ)

1. 共重合エマルジョン (P-4)	50.0%
2. ポリオキシエチレンソルビタン	

## 実施例1 (ヘアセット)

1. 共重合エマルジョン (P-1)	2.0%
2. ヒドロキシエチルセルロース	0.2
3. エチルアルコール	10.0
4. 香料	0.2
5. 精製水	残余

共重合エマルジョン (P-1) の製造においてポリシロキサンエマルジョン E-1 を除いたアクリル及びメタクリル系単量体のみで重合した共重合物を使用した従来のヘアセットに比較してさっぱりとした使用感で、なめらかさ及びセット保持力にも優れたヘアセットであった。

## 実施例2 (シャンプー)

1. 共重合エマルジョン (P-2)	2.0%
2. ポリオキシエチレンラウリルエーテル	14.0
3. ラウリン酸ジエタノールアミド	5.0
4. 香料	0.2
5. 精製水	残余

従来のシャンプーに比べ、スタイル保持形成性となめらかな感触を付与することができる安定性

モノオレエート	2.0
3. ポリエチレングリコール	5.0
4. エチルアルコール	2.0
5. 酸化鉄	13.0
6. 香料	0.3
7. 精製水	残余

得られたマスカラは使用性、仕上り状態の良好なさらに耐水性、耐油性の高いものであった。

## 実施例5 (アイライナー)

1. 共重合エマルジョン (P-5)	20.0%
2. ミツロウ	7.0
3. ポリオキシエチレンソルビタン モノステアレート	2.0
4. ポリオキシエチレンオレイルエーテル	1.0
5. 1,3 ブチレングリコール	6.0
6. 酸化鉄	15.0
7. 香料	0.2
8. 精製水	残余

得られたアイライナーの塗膜は摩擦、水、油に耐性があり、塗布後のベタツキ感も少ないもので

あった。

# 実施例6 (アイシャドウ)

1. 共重合エマルジョン (P-6) を 塩析させて得たアクリルグラフト オルガノポリシロキサン	10.0%
2. アジピン酸ジイソプロピル	20.0
3. 環状ジメチルポリシロキサン	23.0
4. カルナウバロウ	8.0
5. セレシン	5.0
6. 酸化鉄	20.0
7. マイカ	12.0
8. 酸化チタン	1.8
9. 香料	0.2

アクリルグラフトオルガノポリシロキサンは、  
共重合エマルジョン (P-6) 500 部を攪拌機付  
きの容器に入れて60℃に加熱し、ここに芒硝62部  
を純水380部に溶解した溶液を加えてグラフトポ  
リマーを析出させ、濾過水洗を繰り返してから60  
℃で乾燥することにより得られた。

又このアイシャドウは皮膚との密着性、耐水

性、耐油性の高いベタツキ感のないものであっ  
た。

## [発明の効果]

本発明の化粧料組成物はこれまでになく優れた  
ものであって、毛髪にしなやかさとなめらかさを  
与え、かつ毛髪に対して優れたセット保持力を有  
する毛髪化粧料であり、耐水性、耐汗性及び耐油  
性良好で化粧もちに優れ化粧くずれが少なく安定  
し優れた皮膚及びメーキャップ化粧料である。

特許出願人 日信化学工業株式会社

代理人・弁理士 山本 亮

” ” 荒井 鐘 司



## 第1頁の続き

©Int. Cl.<sup>5</sup>

A 61 K 7/043  
7/075  
7/11

識別記号

庁内整理番号

9051-4C  
7038-4C  
7038-4C